

METHOD FOR PRODUCING NONAQUEOUS LIQUID DISPERSION

Publication number: JP2002255748

Publication date: 2002-09-11

Inventor: TAMAZAWA MITSUO

Applicant: TAISEI KAKO CO

Classification:

- International: A61K8/00; A61K8/04; A61K8/72; A61K8/89;
A61Q1/00; A61Q1/02; A61Q1/12; C08F2/06;
C08F299/08; C08L83/04; A61K8/00; A61K8/04;
A61K8/72; A61Q1/00; A61Q1/02; A61Q1/12;
C08F2/04; C08F299/00; C08L83/00; (IPC1-7):
A61K7/021; A61K7/00; C08F2/06; C08F299/08

- European:

Application number: JP20010054844 20010228

Priority number(s): JP20010054844 20010228

Report a data error here

Abstract of JP2002255748

PROBLEM TO BE SOLVED: To prepare a liquid nonaqueous dispersion including a polymer dispersed in silicone oil that is useful for producing cosmetics having excellent resistance to water, resistance to oil, high adhesion, easy application properties and living body following properties. **SOLUTION:** In the method for producing the liquid nonaqueous dispersion that is used in cosmetics, (A) 1-20 wt.% of a silicone macromonomer mainly including radically polymerizable dimethylpolysiloxane represented by formula (I) (wherein X is a radically polymerizable group; (n) is an integer of 1-10; (m) is an integer of 3-300) and (B) 99-80 wt.% of a vinyl monomer group mainly including a (meth)acrylate copolymerizable with the component A are characteristically copolymerized through a one-step polymerization process in silicone oil by using a radical polymerization initiator in the absence of a dispersion stabilizer that can disperse the resultant copolymer produced.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-255748

(P2002-255748A)

(43) 公開日 平成14年9月11日 (2002.9.11)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	データベース(参考)
A 6 1 K 7/021		A 6 1 K 7/021	4 C 0 8 3
7/00		7/00	J 4 J 0 1 1
C 0 8 F 2/06		C 0 8 F 2/06	4 J 0 2 7
299/08		299/08	

審査請求 有 請求項の数 2 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2001-54844(P2001-54844)

(22) 出願日 平成13年2月28日 (2001.2.28)

(71) 出願人 592161213

大成化工株式会社

東京都葛飾区西新小岩3丁目5番1号

(72) 発明者 玉沢 光夫

千葉県松戸市小山523-8番地 サングリ

ーン松戸 B-307

(74) 代理人 100066692

弁理士 浅村 皓 (外3名)

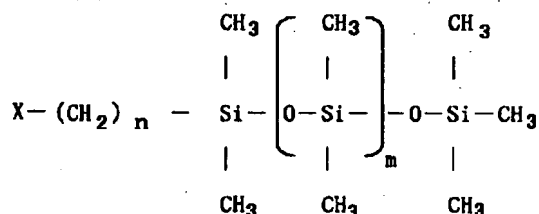
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 液状非水分散体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 優れた耐水性、耐油性、密着性と塗りやすさ、生体追従性を合わせ持つ化粧料の製造の用に供する、高分子がシリコンオイル中に分散している液状非水分散体を提供する。

【解決手段】 一般式1



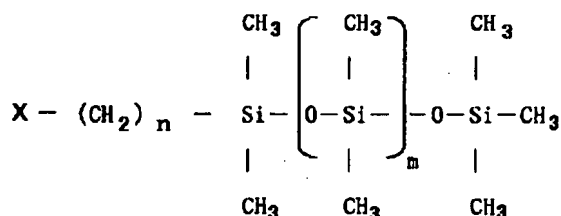
(ここに、Xはラジカル重合性基を、nは1~10の整数を、mは3~300の整数を表わす)で表わされるラジカル重合性を有するジメチルポリシロキサンを主成分とするシリコンマクロモノマーであるA成分1~20重量%、該A成分と共重合可能な(メタ)アクリレートを主体とするビニルモノマー群であるB成分99~80%とを、生成する共重合体を分散させる分散安定剤の非存在下、ラジカル重合開始剤の存在下でシリコンオイル中

において1段重合によって共重合させ、共重合体がシリコンオイル中に分散している液状非水分散体を製造することを特徴とする、化粧料の用に供せられる、液状非水分散体の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式1

【化1】



(ここに、Xはラジカル重合性基を、nは1～10の整数を、mは3～300の整数を表わす)で表わされるラジカル重合性を有するジメチルポリシロキサンを主成分とするシリコンマクロモノマーであるA成分1～20重量%、

該A成分と共重合可能な(メタ)アクリレートを主体とするビニルモノマー群であるB成分99～80%とを、

生成する共重合体を分散させる分散安定剤の非存在下、ラジカル重合開始剤の存在下でシリコンオイル中において1段重合によって共重合させ、共重合体がシリコンオイル中に分散している液状非水分散体を製造することを特徴とする、化粧料の用に供せられる、液状非水分散体の製造方法。

【請求項2】 請求項1記載の液状非水分散体を使用し得る化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、優れた耐水性、耐油性、密着性と塗りやすさ、生体追従性を合わせ持つ化粧料の製造の用に供する、高分子がシリコンオイル中に分散している液状非水分散体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来より、化粧料に耐水性、耐油性、密着性等の機能を付与し、化粧持ちを向上させる目的で、化粧料の原料として各種ポリマーが使用されている。例えば、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリ酢酸ビニル、アクリル酸エステル系樹脂、ニトロセルロース、アルキッド樹脂、ポリアミド樹脂、メトキシエチレン/無水マレイン酸共重合体、アクリル樹脂アルカノールアミン液等の高分子量ポリマーが、メイクアップ化粧料、頭髮化粧料、爪化粧料、基礎化粧料等の化粧料原料として使用されている。しかしこれらのポリマーから得られる皮膜はすべて高分子鎖がからみあった連続皮膜であるため、これらのポリマーを使用した化粧料は化粧持ちは向上するものの、化粧時には塗りにくく、化粧後は皮膜がつっぱる等の違和感があって化粧使用感が落ちるため、ポリマーの配合量を増やせないものである。このため、化粧持ちを維持したまま、化粧使用感の良い化粧料を与える化粧料用原料ポリマーが望まれている。

【0003】この課題を解決する方法の一つとして、シリコンアクリル樹脂を使用しシリコンのスリップ性を利用して、伸び、ざらつき等を改良する検討が数多く行われている。たとえば、特開平2-247110号公報等においては、シリコン-アクリルグラフトポリマーを配合して化粧持ちと化粧使用感の両立を試みている。しかしこれらの方法においても、ポリマーが溶解した溶液の状態で作成され、得られる塗膜は高分子鎖をからませた連続皮膜を形成するため、化粧料としたときの化粧使用感是不満足なもので、ポリマーの配合量も増やせない等の制約があった。

【0004】また、特開平8-269332号公報においては、シリコン系分散剤樹脂を使用して、シリコンオイル等疎水媒体中にアクリルポリマーを分散させる非水系の樹脂分散液が化粧料として提案されている。しかしながら、この化粧料も高分子量のシリコン系分散剤樹脂をあらかじめ重合により製造しておき、かつ、この分散剤を多量に使用して2段重合法で製造するため、分散剤のシリコン成分が溶解した溶液の状態となって液が完全な分散系とならず高粘度となるうえに、化粧により形成される皮膜もシリコン成分がからみあった連続皮膜を形成するため、膜形成剤としての化粧使用感は、不満足なものであった。すなわち、化粧原料としては膜形成剤の特性を有する高分子分散体が好ましいのであるが、化粧使用感の良好な化粧料を提供するという目的に対してはまだまだ不満足であった。このため、更に汎用的に使用し得る化粧品用の原料ポリマーが求められている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、耐水性、耐油性、密着性が良好で化粧持ちが良く、化粧時には、なんら抵抗なく塗れて、化粧後は皮膜がつっぱらない等の違和感がなく化粧使用感が良好な化粧料を与える、汎用的原料バインダー用ポリマーを液状高分子非水分散体の形で提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らの知見によれば、高分子量のポリマーを化粧料原料としたときに、塗りにくく、乾燥皮膜がつっぱる等の化粧使用感を低下させている主な原因は、以下の点：

1) 溶液型ポリマーにおいては、ポリマーが溶液中で高分子鎖をからませた溶解状態にあり、化粧により形成された皮膜もそのまま高分子鎖がからみあった連続塗膜を形成すること；

2) また、エマルジョン等の分散型樹脂においては、溶液中では、分散構造にあるが、化粧により塗膜を形成した時に、粒子が融着し、得られる皮膜は高分子鎖がからみあった状態になること；にある。

【0007】本発明者らは、これを解決する手法としては、

1) ポリマー溶液を分散構造にすること、

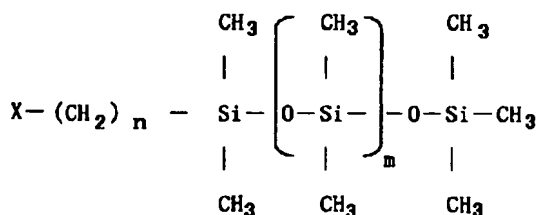
2) 及び形成する皮膜も、分散粒子相互の間でその表面における高分子鎖がからみあわないで分散粒子が物理的に形状を保ったまま凝集した形にすること、が必要であることを知った。本発明の目的を達成できるか否かは、いかにして上記手法の状態を得るに適切な具体的手段を確立するかにかかっている。

【0008】従来、分散構造を得るための非水分散ポリマーの製造法としては、ICI法(特公昭40-23350)、Cook Paint法(特公昭47-21581)、フォード法(特公昭47-8537)等の種々の方法が知られている。しかし、これらの方法はいずれも、炭化水素系の疎水溶媒中で炭化水素に溶解する成分を合成後、炭化水素に不溶成分をグラフト重合して分散安定化を計るものである。本発明者らは、検討の結果、これらの方法は：

- 1) 製造法が複雑であり、且つ高濃度溶液を作りにくい、
- 2) 安定分散液を得るためには組成が限定される、
- 3) さらに、これらの欠点に加えて分散粒子の表面に炭化水素に可溶の軟質成分を配向させることによって結果的に分散安定性を確保している手段となっていて、このために、形成される皮膜は高分子鎖がからみあった連続塗膜を形成する結果となり、本発明の目的には適合しないものとなっていることを知った。

【0009】そこで本発明者等は、この問題について検討をかさねた結果、本発明を完成した。すなわち本発明は、一般式1

【化2】



(ここに、Xはラジカル重合性基を、nは1~10の整数を、mは3~300の整数を表わす)で表わされるラジカル重合性を有するジメチルポリシロキサンを主成分とするシリコンマクロモノマーであるA成分1~20重量%、該A成分と共重合可能な(メタ)アクリレート为主体とするビニルモノマー群であるB成分99~80%とを、生成する共重合体を分散させる分散安定剤の非存在下、ラジカル重合開始剤の存在下でシリコンオイル中において1段重合によって共重合させ、共重合体がシリコンオイル中に分散している液状非水分散体を製造することを特徴とする、化粧料の用に供せられる、液状非水分散体の製造方法である。本発明によって得られる分散体は、ジメチルポリシロキサン基が表面に配向した形に分散され、化粧料としたときに化粧時の造膜過程でも分散粒子が凝集した形で成膜されるため、優れた耐水性、耐油性とともに、塗りやすく、化粧によって違和感

のない皮膜が形成される。

【0010】

【発明の実施の形態】本発明に使用しうるシリコンオイルは、例えば、ジメチルポリシロキサン、ジエチルポリシロキサン、ジブチルポリシロキサン等のジアルキルポリシロキサン、例えば、メチルフェニルポリシロキサン、エチルフェニルポリシロキサン等のアルキルフェニルポリシロキサン、例えば環状ジメチルポリシロキサン、環状ジエチルポリシロキサン、環状ジブチルポリシロキサン等の環状ジアルキルポリシロキサン、例えば、環状メチルフェニルポリシロキサン、環状エチルフェニルポリシロキサン、環状ブチルフェニルポリシロキサン等の環状アルキルフェニルポリシロキサン、等のポリシロキサンが挙げられる。また、アミノ変性ポリシロキサン、ポリエーテル変性ポリシロキサン、アルキル変性ポリシロキサン、等の変性ポリシロキサン類も使用できる。これらのシリコンオイルは、用途に応じて単独もしくは、2種以上併用して用いることができる。

【0011】ラジカル重合性基を有しジメチルポリシロキサンを含有するマクロモノマー(A成分)は、前記式(1)で表される。式中Xで示されるラジカル重合性基としては、アクリロキシ基、メタクリロキシ基、スチリル基、アリル基、ビニルベンジル基、ビニルエーテル基、アクリルミド基、ビニルアルキルシリル基、ビニルケトン基、等が挙げられる。これらのシリコンマクロモノマーの具体例としては、ジメチルポリシロキシアロピルアクリル酸エステル、メチルポリシロキシアロピルメタクリル酸エステル、ジメチルポリシロキシアロピルビニルベンジルエーテル、ジメチルポリシロキシアロピルアクリルアミド、ジメチルポリシロキシアロピルオノン酸ビニルベンジレート、等が挙げられる。これらのうち特に、ジメチルポリシロキシアロピルアクリル酸エステル、ジメチルポリシロキシアロピルメタクリル酸エステル等が好ましい。これらのシリコンマクロモノマーの数平均分子量は、ゲルパーミュエーションクロマトグラフィーのポリスチレン換算の数平均分子量として、1000~100000、好ましくは、2000~50000である。1000以下では、分散安定性に欠け、10000を越えると非水分散体の粘度が高くなりすぎる。これらのA成分は、単独もしくは、2種以上を組み合わせ用いる事ができる。A成分は、シリコンオイルへの溶解成分として、モノマー全体の1~20%このましくは、2~15%用いるのが良い。20%を越えるとポリマーがシリコンオイルに溶解状態になり塗りにくくなるとともに、シリコンマクロモノマーに由来するベタつき等を生じるようになり、1%以下では、安定な分散液を得る事ができない。

【0012】A成分と共重合可能な(メタ)アクリレート为主体とするラジカル重合性モノマー(B成分)としては、ジメチルポリシロキサンを主体とするマクロモノ

マーとの極性が異なるため、一般的な(メタ)アクリレート類が使用できる。例えば、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、N-ブチル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、ステアシル(メタ)アクリレート、ベンジル(メタ)アクリレート、シクロヘキシル(メタ)アクリレート等のアルキル(メタ)アクリレート類、例えば、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル、(メタ)アクリレート等のヒドロキシアリル(メタ)アクリレート等の水酸基含有(メタ)アクリレート類、例えばアクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、及びイタコン酸、フマル酸、マレイン酸やそのハーフエステル等のカルボキシ基含有不飽和単量体類、例えば、ライトエステルPA、ライトエステルPM(共栄社化学(株)製)等のリン酸基含有(メタ)アクリレート類例えばNNジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、NNジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート等の塩基性(メタ)アクリレート類、例えばグリシジル(メタ)アクリレート、等のエポキシ基含有(メタ)アクリレート類、例えばN-メトキシメチロール(メタ)アクリルミド、N-ブトキシメチロール(メタ)アクリルアミド等のN-アルコキシ置換アミド類、ダイアセトンアクリルアミド、アセトアセトキシエチルメタクリレート等のカルボニル含有不飽和単量体類等が挙げられる。その他の(メタ)アクリレートと共重合性のモノマーとしては、例えばスチレン、アルファメチルスチレン、ビニルトルエン等の芳香族ビニル類、(メタ)アクリロニトリル、等の不飽和ニトリル類、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル等のビニルエステル類等が挙げられる。多官能性ビニル単量体としては、例えば、ジビニルベンゼン、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート等が挙げられる。これらは、1種もしくは、2種以上併用して用いることができる。共重合組成のガラス転移温度は、 $-30\sim 80^{\circ}\text{C}$ 、特に $10\sim 50^{\circ}\text{C}$ が好ましい。 -30°C 以下では、塗膜の強度がでず、 80°C 以上では、造膜性が不足し、密着性が落ちる。

【0013】本発明におけるシリコンオイル中の分散ポリマー液は、前記シリコンオイル中で、(A)成分と(B)成分とを組み合わせラジカル重合させる事により得られる。ラジカル重合開始剤としては、一般のラジカル重合に用いられているものであれば良く、例えば、2, 2-アゾビスイソブチロニトリル、2, 2-アゾビス(2, 4ジメチルバレロニトリル)、2, 2-アゾビス(4-メトキシ-2, 4ジメチルバレロニトリル)、2, 2-アゾビスイソ酪酸ジメチル等のアゾ化合物、例えば、ラウロイルパーオキシド、トブチルパーオキシド、ジクミルパーオキシド、トブチルパーオキシド、2-エチルヘキサノエート、ベンゾイルパーオキシド等の有機過酸化物等が挙げられる。これらの重合開始剤

は、モノマー混合物に対し、 $0.01\sim 5$ 重量%、好ましくは、 $0.1\sim 2$ 重量%用いるのが好ましい。また、分子量調整のために、メルカプト酢酸、メルカプトプロピオン酸、2-プロパンチオール、1-ブタンチオール、2-メルカプトエタノール、エチルメルカプトアセテート、チオフェノール、2-ナフタレンチオール、ドデシルメルカプタン等の連鎖移動剤を使用してもよい。

【0014】重合反応は、シリコンオイル中で、通常 $30\sim 180^{\circ}\text{C}$ で行われるが、好ましくは、 $80\sim 150^{\circ}\text{C}$ で行うのが良い。この条件下で、ポリジメチルシロキサンを主成分とするシリコンマクロモノマー(A)、(メタ)アクリルレートを主体とするビニルモノマーB成分、及び重合開始剤等を、添加及び連続滴下することにより、 $5\sim 10$ 時間程度で完結させることが出来る。シリコンオイル中でラジカル共重合させることにより、ジメチルポリシロキサンを主体とするシリコンマクロモノマーを溶解成分として、(メタ)アクリレートを主体とするその他の共重合性モノマーが重合過程で反応の進行により高分子量化するとともにシリコンオイル中で不溶化し、ジメチルポリシロキサンを外側にし、内側にアクリル成分がまるまった形に相転し分散構造を取るものと思われる。そのため、ジメチルポリシロキサンを主成分とするシリコンマクロモノマー(A)と、(メタ)アクリレートを主体とするビニルモノマー(B)の共重合組成を変えることにより、分散安定性及び粒径は決定される。

【0015】このことから、シリコンマクロモノマーを主成分とするシリコンマクロモノマー(A成分)と(メタ)アクリレートを主体とするビニルモノマー(B成分)の比率、(メタ)アクリレートを主体とするビニルモノマーの種類、重合反応温度、触媒の種類及び、量、モノマー投入方法等を調整することにより、粒径、分子量をコントロールすることができる。

【0016】このようにして製造されるシリコンオイル中分散ポリマーの重量平均分子量は、GPCにおけるポリスチレン換算値で、 $5000\sim 50$ 万、とくに $1\sim 10$ 万であることが好ましい。分子量 3000 以下では、粘着性が生じ 50 万を越えると造膜性が不足し、密着性が低下する。

【0017】さらに本発明におけるシリコンオイル中の分散ポリマー液の粒径は、 $0.05\sim 2.0\mu$ 、特に皮膜の透明性を得るためには、 $0.1\sim 0.8\mu$ であることが好ましい。粒径が 2μ を越えると分散粒子の安定性が不足するとともに、得られる皮膜の透明性も落ちる。

【0018】かくして得られたシリコンオイル中の分散ポリマー液は、ポリジメチルシロキサンが表面に配向した粒子構造を有しているため、ポリマーの持つ耐水性、耐油性、密着性等の性質に加えて、乾燥途中でも、粘度が低い伸びが良く、さっぱりした感触を持っており、形成された皮膜はからみあいがないため、つっぱら

なく違和感がない、これまでのポリマーにない性質を合わせ持っている。

【0019】本発明によって得られるシリコンオイル中の分散ポリマー液は、良好な化粧持ちと化粧使用感を合わせ持つため、ファンデーション、白粉、頬紅、アイシャドウ、マスカラ等のメイクアップ化粧料、ヘアカラー、ヘアスプレー、ヘアフォーム、染毛料等の頭髪化粧料、爪クリーム、爪エナメル等の爪化粧料、口紅、リップクリーム等の口唇化粧料、アイライナー化粧料、クリーム、乳液、ローション等の基礎化粧料、シャンプー、リンス等の清浄用化粧料等の化粧料原料として汎用的に使用するものである。

【0020】

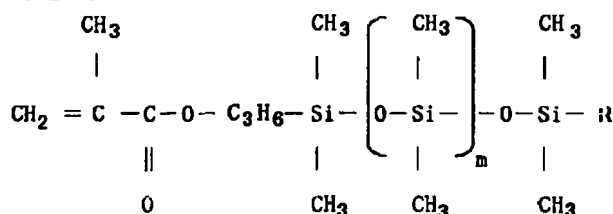
【実施例】以下に、実施例を挙げて具体的に説明するが、本発明はこれらに制限されるものではない。

シリコンオイル中分散ポリマー液の製造

【0021】実施例1

温度計、還流冷却機、攪はん機、滴下ロートなどを備えた反応容器にシリコンオイルとして市販のKF-995（デカメチルシクロペンタシロキサン；信越化学工業（株）製）400gを仕込み、窒素ガスで置換後120℃に加熱し、保持した。メチルメタクリレート（MMA）336g、2-エチルヘキシルアクリレート（2EHA）224部、市販のシリコンマクロモノマーFM-0721（ポリジメチルシロキシプロピルアクリル酸エステル；チッソ製片末端サイラブレンで構造式

【化3】



で平均分子量5,000であるもの）40g及び重合開始剤として、ターシャリーブチルパーオキシ2-エチルヘキサノエーテル（PBO）9gの混合物を180分かけて滴下した。滴下終了後、同温度で3時間保持してから冷却し、固形分60.2%、粘度3.6psの乳白色の分散ポリマー液を得た。得られた分散ポリマーの重量平均分子量は、GPCを用いた測定により、31000であった。また分散液の平均粒径は、レーザードップラー／周波数解析型の粒度分析計（日機装（社）製 UPA150）を用いた測定により0.27μであった。

【0022】実施例2

実施例1に準じてKF-995 400gを仕込み120℃加熱保持後、メチルメタクリレート270g、ブチルアクリレート（BA）250g、2-ヒドロキシエチルメタクリレート（2HEMA）40g、FM-0725（チッソ製でFM-0721と同じ構造を有し平均分子量10,000のもの）40g、及びターシャリーブチ

ルパーオキシ2-エチルヘキサノエート9gの混合物を180分かけて滴下後、同温度で3時間保持した後冷却し、固形分60.1%、粘度5.3psの乳白色の分散ポリマー液を得た。得られた分散ポリマーの重量平均分子量は28000、平均粒径は0.28μであった。

【0023】実施例3

実施例1に準じてKF-995の代わりにKF-994（デカメチルシクロペンタシロキサン；信越化学工業（株）製）400gを仕込み、110℃において、メチルメタクリレート50g、ブチルメタクリレート（BMA）460g、ブチルアクリレート30g、FM-0721 60g及び、ターシャリーブチルパーオキシ2-エチルヘキサノエート4gの混合物を180分かけて滴下後、同温度で180分保持した後冷却し、固形分60.2%、粘度4.3psの乳白色の分散ポリマー液を得た。得られた分散ポリマーの重量平均分子量は52000、平均粒径は0.30μであった。

【0024】比較例1

温度計、還流冷却機、攪はん機、滴下ロートなどを備えた反応容器にトルエン（TOL）400gを仕込、窒素ガスで置換後、110℃に加熱し、保持した。メチルメタクリレート336g、2-エチルヘキシルアクリレート224部、市販のシリコンマクロモノマー FM-0721を40g及び重合開始剤として、ターシャリーブチルパーオキシ2-エチルヘキサノエート9gの混合物を180分かけて滴下した。滴下終了後、同温度で3時間保持してから冷却し、固形分60.3%、粘度52.7psの透明なポリマー溶液を得た。得られたポリマーの重量平均分子量は29000であった。

【0025】比較例2

比較例1に準じて、トルエン500gを仕込み110℃に加熱保持後、メチルメタクリレート220g、2-エチルヘキシルアクリレート90部、FM-0721 150g及び重合開始剤として、ターシャリーブチルパーオキシ2-エチルヘキサノエート9gの混合物を180分かけて滴下した。滴下終了後、同温度で3時間保持してから冷却し、固形分50.2%、粘度23.4psの半透明のポリマー溶液を得た。得られたポリマーの重量平均分子量は32000であった。このもの100gを1000gのメタノール中に注ぎ込みポリマーを沈澱析出させた。沈澱物を分離乾燥させ、固形状ポリマーを得た。

【0026】比較例3

実施例1に準じてKF-995 500gを仕込み110℃加熱保持後、メチルメタクリレート220g、ブチルメタクリレート90g、FM-0721 150g、及びターシャリーブチルパーオキシ2-エチルヘキサノエート9gの混合物を180分かけて滴下後、同温度で3時間保持した後、冷却し、固形分50.2%、粘度2.5psの乳白色の分散ポリマー液を得た。得られた

分散ポリマーの重量平均分子量は32000、平均粒子径は0.25 μ であった。

【0027】比較例4

実施例1に準じてKF-995 400gを仕込み120℃加温保持後、メチルメタクリレート480g、スチレン(ST) 60g、ブチルアクリレート20g、FM-0721 40g、及びターシャリーブチル、パーオキシ2-エチルヘキサノエート9gの混合物を180分か

けて滴下後、同温度で3時間保持した後、冷却し、固形分60.2%、粘度2.8psの乳白色の分散ポリマー液を得た。得られた分散ポリマーの重量平均分子量は29000、平均粒子径は0.26 μ であった。

【0028】実施例1～3及び比較例1～4の重合条件及び性状等を表1、表2に示す。

【0029】

【表1】

表1 シリコンオイル中の分散ポリマーの重合条件

		実施例1	2	3	比較例1	2	3	4
溶媒	KF-995	400 g	400				500	400
	KF-994			400				
	TOL				400	500		
	FM-0721	40 g		60	40	150	150	40
	FM-0725		40					
	ST							60
	MMA	336 g	270	50	336	220	220	480
	BMA			460				
	BA		250	30				20
	2EHA	224 g			224	90	90	
触媒	2HEMA		40					
	PBO	9 g	8	4	9	9	9	9
反応温度		120℃	120	110	110	110	110	120

【0030】

【表2】

表2 シリコンオイル中の分散ポリマーの性状等

	実施例1	2	3	比較例1	2	3	4
固形分	60.2(%)	60.1	60.2	60.3	50.2	50.2	60.2
粘度	3.6(ps)	5.3	4.3	52.7	23.4	2.5	2.8
平均粒径	0.27(μ)	0.29	0.30	—	—	0.25	0.26
重量平均分子量	31000	25000	52000	29000	32000	32000	29000
アクリル部T g	8.1℃	8.7	19.7	8.1	27.3	27.3	94.5
%	7.1%	10	7.1	7.1	30	30	7.1

【0031】得られたポリマーの性能を以下の試験方法及び評価基準でテストし、表3の結果を得た。

試験方法

(1) 透明性

分散液を透明なガラス板のう上に乾燥膜厚が20 μ になるようにアプリケーションで塗布し、20℃ RH65%にて造膜させ、目視で膜の濁り具合を判定した。

(2) 耐水性

清浄なフッ素フィルムの上に分散樹脂液を乾燥膜厚が20 μ になるようにアプリケーションで塗布し、乾燥後、塗工膜をはがし、水道水中に3日間浸漬後の皮膜の状態変

化を目視により判定した。

(3) 耐油性

上記(2)と同様にして得た塗工皮膜をインドデカン中に24時間浸漬後の皮膜の状態変化を目視により判定した。

(4) 皮膚密着性

分散液数滴を手の甲に塗布し、乾燥後指でこすり皮膜の取れかたで判定した。

(5) 塗布性

分散液を手の甲に指で、乾燥するまで伸ばした際のひっぱり有無で判定した。

(6) 皮膚追従性

上記(5)で塗布した塗膜の乾燥後のつっぱり感の感触で測定した。
評価基準

◎: 非常に良好 ○: 良好 △: 若干悪い ×: 悪い

【0032】

【表3】

表3 評価結果

	実施例1	2	3	比較例1	2	3	4
塗膜性能							
透明性	○	○	○	○	○	○	--
耐水性	○	○	○	○	○	○	--
耐油性	○	○	○	○	○	○	--
密着性	○	○	○	○	○	○	×
使用性							
塗布性	◎	◎	◎	×	×	△	◎
皮膚追従性	◎	◎	◎	×	×	△	--

【0033】化粧料の作成(リキッドファンデーションへの配合例)

下記の1)~10)の成分を混合後、サンドグラインダーで均一に分散し、液状ファンデーションを得た。

【0034】実施例4

【0035】

1). シリコンオイル中の分散ポリマー(実施例1)	45.0
2). ジメチルポリシロキサン	5.3
3). イソパラフィン(アイソパーK)*	9.0
4). 酸化チタン	19.3
5). ベンガラ	1.2
6). 黄酸化鉄	2.7
7). 黒酸化鉄	0.9
8). マイカ	12.0
9). タルク	4.5
10). 香料	0.1

*エクソン・ケミカル社製

分散し、液状ファンデーションを得た。

【0036】比較例5

【0037】

下記の1)~5)の成分を混合、加熱溶解後、
6)~12)の成分を添加し、ロールミルで均一に

1). 比較例2で得た固形ポリマー	15.0
2). ジメチルポリシロキサン	9.0
3). デカメチルシクロペンタシロキサン	6.0
4). イソパラフィン(アイソパーK)	39.8
5). 酸化チタン	12.9
6). ベンガラ	0.8
7). 黄酸化鉄	1.8
8). 黒酸化鉄	0.6
9). マイカ	8.0
10). タルク	3.0
11). 香料	0.1

【0038】評価結果は以下のとおりである。

【表4】

評価結果

実施例4	比較例5
------	------

伸び広がり	◎	△
さっぱり感	○	○
違和感のなさ	◎	△
化粧持ち	○	○

評価基準

◎：非常に良好 ○：良好 △：若干悪い ×：悪い

【0039】

【発明の効果】本発明で得られるシリコンオイル中の分散ポリマー液は、従来のポリマーにはない、良好な化粧持ちと化粧使用感を合わせ持つポリマーであり、ファンデーション、白粉、頬紅、アイシャドウ、マスカラ、等のメイクアップ化粧料、ヘアカラー、ヘアスプレー、ヘ

アフォーム、染毛料等の頭髮化粧料、爪クリーム、爪エナメル等の爪化粧料、口紅、リップクリーム等の口唇化粧料、アイライナー化粧料、クリーム、乳液、ローション等の基礎化粧料、シャンプー、リンス等の清浄用化粧料等の化粧料原料として汎用的に使用しうるものである。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4C083 AB232 AB242 AB432 AC012
AD152 AD161 AD162 CC01
CC12 DD01 DD23 DD28 DD39
EE07 FF01
4J011 HA03 HB25 HB28
4J027 AF03 AF05 AF06 AJ01 BA04
BA05 BA06 BA07 BA08 BA09
BA13 BA14 BA16 BA20 BA25
CA10